

(117306C)

Partial translation of Reference 3:

JP Patent Publication No. 43-030417 - December 27, 1968

Application No. 40-44825 - July 26, 1965

Applicant: Showa Denko K.K., Tokyo, JP

Title: Method for pelletizing carbon black

[Claim] (single claim)

1. Method for pelletizing carbon black, characterized by adding an aqueous emulsion containing process oil and stearic acid to the carbon black before the pelletization.

[Excerpt from the detailed description of the invention]

Examples 1 and 2:

In each example, 800g of unpelletized carbon black produced by a conventional method (ISAF grade) was charged into a conventional wet-pelletizer equipped with a shaft with many stirring pins and an upper spraying inlet for introducing a liquid. Each of the aqueous process oil emulsions mentioned below was sprayed for 20 seconds while stirring the carbon black under room temperature at a rotation rate of 300 rpm. The mixture was further stirred for 100 seconds for pelletization. The pellets were dried for 4 hours in a dry atmosphere of 140°C to obtain a pelletized carbon black product.

The aqueous process oil emulsions used in the examples were prepared as follows:

Emulsion of Example (1):

2.4g of alkylbenzene sulfonic acid soda and 6.4g of stearic acid (0.8% by weight based on the carbon black) were added to 20g (2.5% by weight based on the carbon black) of aromatic-group-based process oil (product name: Sandex 53), and 1200g of water were stirred therein for emulsification.

Emulsion of Example (2):

The emulsion was prepared by the same process as the aforementioned, except that the added amount of stearic acid was 12g (1.5% by weight based on the carbon black).

As Comparative Example (1), carbon black was pelletized according to the aforementioned process except that an aqueous process oil emulsion obtained without adding stearic acid was used. As Comparative Example (2), carbon black was pelletized according to the aforementioned process except that an equivalent amount of water was used instead of the aqueous process oil emulsion (i.e. according to the conventional wet process).

The particle-size distribution and the crushing strength of the pelletized carbon black products of the examples and the comparative examples are shown in Table 1.

Table 1

Example	Example 1	Example 2	Comparative Example 1	Comparative Example 2
Particle size distribution (%)				
2.0mm or more	3.5	3.0	4.9	2.8
2.0 - 1.0	67.5	51.3	46.3	23.6
1.0 - 0.5	18.4	34.7	36.4	66.0
0.5 - 0.25	9.0	8.1	7.8	3.8
0.25 - 0.149	1.0	2.0	0.9	0.8
0.149 or less	0.4	0.9	3.7	2.0
Crushing strength (g)*				
1.68 - 2.0 mesh	21.4	17.0	15.1	12.4

* average value of the values measured by using 50 pellets
of each specified particle size

特 許 公 報

特許出願公告
昭 43-30417
公告 昭 43. 12. 27
(全 4 頁)

カーボンブラックの造粒法

特 願 昭 40-44825
出 願 日 昭 40. 7. 26
発 明 者 安藤重樹
東京都世田谷区玉川等々力町3の
23
同 山田幸吉
東京都世田谷区経堂町767
同 林克広
鎌倉市津855
同 川原周作
横浜市保土ヶ谷区川島町3079
出 願 人 昭和電工株式会社
東京都港区芝宮本町34
代 表 者 安西正夫
代 理 人 弁理士 小田島平吉 外1名

発明の詳細な説明

本発明はカーボンブラックの造粒法に関する。詳しくは、ルーズカーボンブラック即ち常法によつて製造されたいまだ造粒されていない状態のカーボンブラックに対し、プロセスオイルとステアリン酸を含む水性乳濁液を添加してカーボンブラックを造粒する方法に関する。

カーボンブラックはゴムの増強剤として大量に使用されるが、その取扱い、配合加工操作等のため通常造粒される。造粒法として古くは、カーボンブラックに対しその数%に相当する重量の水を加え造粒機にかけるといわれる乾式造粒法が採られた。このようにして得られる粒は軟かくて壊れ易く、多量取扱いには難点があつた。そこで近年は湿式造粒法即ちカーボンブラックに対し約50重量%乃至約200重量%程度の水を加えて造粒するか、あるいはさらに粒の強度を増すため前記の水に腐蝕酸やパルプ廃液などの粘結剤を1%前後混合したものを加えて造粒し乾燥する方法が一般に広く行われている。この方法によれば乾式法よりも粒を強くすることができる。しかしこれをゴムに配合する際その分散が充分でなく、従つて得られる加工ゴムの諸性質が満足に發揮されないという欠陥を伴っている。また最近水の代わ

りに油状物質を添加して造粒することが報告されている。この方法は、油状物質をカーボンブラックに対して3〜50%好ましくは10%程度添加しなければならず、また該油状物質が可成りの蒸気圧を示すような高温下において激しく攪拌しなければならない。この方法で造粒されたカーボンブラックはゴムへの分散性がよく、水を使用して造粒されたカーボンブラックを配合した場合よりもゴムの性質がある程度改善される。しかしながらその造粒には高温下の作業を必要とするので装置的、熱的の工業的不利を有するのみならず、油の添加所要量が上記のごとく相当大きいことはゴム加工用のブラックとして問題がある。即ちゴム工業においてゴムを加工するに当たり、その軟化、可塑性等の目的で使用される加工油即ちプロセスオイルの量は使用するカーボンブラックの重量に対して一般に5〜50%である。そして油の量および油の種類は加工業者によりあるいはゴム製品の種類によつてそれぞれ異なる。従つて初めからカーボンブラック中に多量かつ特定の油が存在することは、ゴム加工時に使用する油の量および種類の選択を制約することとなつたり、あるいはこのカーボンブラックを特定品種のゴムの加工用のみに制限したりすることとなる。そのような制約を伴うことなく広く実用に供し得るカーボンブラックとしては油の含量が可成り少なく、せいぜい3%程度までであることが望ましい。

本発明の目的は工業強度高く粒径の大きい粒度分布を有し、しかもゴムへの分散性良好にして各種性質の改善された加工ゴムを与えるに達した造粒カーボンブラックを工業的に製造する方法を提供することにある。

本発明方法は、カーボンブラックに、プロセスオイルとステアリン酸を含む水性乳濁液を添加して造粒することから成る。

ここにプロセスオイルとは、一般にゴムの加工時に石油系ゴム軟化剤として添加常用される所のパラフィン系、ナフテン系または芳香族系の単独もしくは混合油を指す。プロセスオイルの水性乳濁液をつくるには界面活性剤の存在または不在下に攪拌し、ホモジナイザーにかけ、あるいは超音波をかけるなど慣用のいずれの手段によることもできる。プロセスオイルの水性乳濁液をつくると

2.0 ~ 1.0	67.5	51.3	46.3	23.6
1.0 ~ 0.5	18.4	34.7	36.4	66.0
0.5 ~ 0.25	9.0	8.1	7.8	3.8
0.25 ~ 0.149	1.0	2.0	0.9	0.8
0.149 以下	0.4	0.9	3.7	2.0
圧壊強度(例)*				
1.68~2.0 メツシ	21.4	17.0	15.1	12.4

* 表記粒度の粒50個につき測定した平均値

上掲表から明らかなごとく本発明方法による製法にて得たカーボンブラック造粒製品を用い、これ品の粒度分布はいずれも大きい方に寄り、また圧入をそれぞれゴムに配合加工して得られた効果を第2表に掲げる。本発明方法による製品が比較例次に上記実施例1~2および比較例1~2におおむねのものとくらべてそれぞれ良い成績を示している。

第 2 表

例		実施例(1)	実施例(2)	比較例(1)	比較例(2)
加工物性	配 合	SBR#1712井(a) 82.5g BR(ポリブタジエンゴム) 40.0 プロセソイル(サンデックス53)* (b) 17.5 供試カーボンブラック造粒品 70.0 亜鉛華 4.0 ステアリン酸 2.0 促進剤 OZ 1.25 硫黄 2.0			
	混練り	バンバリーミキサーによる5分練り 冷却後オープンロールにて再練り。			
	加硫	引張り、引裂き、硬度試料 145℃、90分 摩耗測定試料 145℃、105分			
加工物性	ムーニー粘度(最低値)	44.3	42.0	43.8	43.3
	スコーチタイム(分)*(c)	15.5	15.0	14.6	14.8
	30.0%モジュラス(kg/cm ²)	77	77	83	80
	引張強度(kg/cm ²)	201	198	202	191
	伸び率(%)	620	600	570	570
	硬 度(JIS)	56	56	56	56
	引裂き強度(kg/cm ²)	47	47	46	45
	摩耗量(cc)*(d)	0.080	0.080	0.086	0.094
ゴム中のカーボン分散度(%)*(e)		90.7	91.2	91.8	88.6

* (a) スチレン-ブタジエン共重合油屈ゴム。

* (b) 供試カーボン粒が本発明によるものであるとき造粒時添加されたオイル量に応じて、この配合量を減じた。

* (c) 粘度最低値から5点上昇までの時間。